Demanda química de oxígeno (viales COD)

COD LR: 0 - 150 mg/l
COD HR: 0 - 1500 mg/l
COD HR+: 0 - 15.000 mg/l

INFORMACIÓN DE SEGURIDAD

Los viales de reactivo COD contienen ácido sulfúrico, que provoca quemaduras graves. Lea la hoja de datos de seguridad (disponible en www.chemetrics.com) antes de usarlos. Use equipo de protección personal adecuado. Realice este procedimiento de prueba debajo de una campana.

MÉTODO DE PRUEBA

La demanda química de oxígeno es una medida del contenido de materia orgánica oxidable de una muestra de aguas residuales. La muestra reacciona con una solución acídica de dicromato de potasio en presencia de un catalizador (plata) y se digiere durante 2 horas a una temperatura de 150 °C. Los compuestos orgánicos oxidables reducen el ión de dicromato ($Cr_2O_7^{2-}$) a un ión crómico (Cr^{3+}). En los kits COD LR, la disminución del ión de dicromato se mide por colorimetría. En los kits COD HR y HR+, se mide la cantidad de ión crómico producida. Los resultados de prueba se expresan en cantidad de miligramos de oxígeno consumidos por litro de muestra (mg/litro de COD).

REFERENCIAS

Métodos estándar de la APHA, 22ª ed., método 5220 D - 1997.
ASTM D 1252-06, Demanda química de oxígeno (Demanda de oxígeno de dicromato) del agua, Método de prueba B.
Métodos de la EPA para análisis de agua y desechos, Método 410.4 (1983).
A. M. Jirka y M. J. Carter, "Micro Semi-Automated Analysis of Surface and Wastewaters for Chemical Oxygen Demand," Analytical Chemistry, Vol. 47, pág. 1397 (1975).
J. A. Winter, "Method Research Study 3, Demand Analysis, An Evaluation of Analytical Methods for Water and Wastewater," USEPA, (1971).

FUENTES DE ERROR

Los reactivos de COD LR y COD HR, que contienen mercurio, están formulados para soportar interferencias de hasta 2000 ppm de cloruro. El reactivo COD HR+, que contiene mercurio, se puede usar en muestras que contengan hasta 20.000 ppm de cloruro sin interferencia. Las muestras con concentraciones más altas de cloruro requieren de una dilución. Además, las muestras que contengan altos niveles de cloruro (>1000 ppm) y bajos niveles de COD (<30% del rango del producto) darán resultados de prueba positivos falsos. En este caso, se recomienda diluir la muestra.

Hay reactivos de COD LR y COD HR sin mercurio disponibles para las muestras que contengan menos de 100 ppm de cloruro (menos de 1000 ppm para el kit sin mercurio de COD HR+).

Es importante elegir el rango correcto de kit COD. Si la concentración de COD en la muestra está significativamente por encima del rango del kit de prueba que se está usando, podrían obtenerse resultados de prueba bajos falsos.

El reactivo de COD es sensible a la luz. Guarde los viales en un sitio oscuro y a temperatura ambiente cuando no los esté usando.

Se necesitan una buena técnica y eliminación de contaminación para obtener resultados precisos. Lave todos los instrumentos de vidrio con una solución de ácido sulfúrico al 20%.

Para las pruebas de COD, los fotómetros de base LED no producen exactitud, precisión ni sensibilidad equivalentes a las que se pueden obtener con espectrofotómetros. A efectos de los informes para el NPDES sobre COD, el método de medición preferido es el espectrofotómetro.

CALIBRACIÓN Y VERIFICACIÓN DE PRECISIÓN

1. Para obtener resultados de prueba en mg/litro de COD:
   - Use instrumental CHEMetrics o Hach[1] previamente programado para una lectura directa. Siga los procedimientos de configuración y medición en el manual del operador del instrumento.
   - Use la ecuación de calibración que se suministra (Paso 12 del Procedimiento de prueba) para espectrofotómetros de otras marcas.
   - Genere una curva estándar específica del instrumento a utilizar mediante la preparación de una serie de cinco soluciones estándar (una de las cuales es un blanco) que abarque el rango esperado de la prueba.
2. Las soluciones estándar de COD (ver Información de repetición de pedido) se usan para verificar la precisión de la prueba o para generar una curva de calibración específica de un instrumento.

[1] *Hach Company no garantiza la precisión de las calibraciones que ofrece cuando se aplican a reactivos que no sean los suyos propios.*

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA

Recolecte las muestras en frascos de vidrio. Cuando sea necesario para conservar las muestras para su almacenamiento, acidifique con ácido sulfúrico concentrado para obtener un pH $\leq$ 2. Guarde las muestras conservadas a 4 °C durante no más de 28 días posteriores a su recolección.

PROCEDIMIENTO DE LA PRUEBA

1. Homogenice 500 ml de muestra durante 2 minutos en un mezclador.
   NOTA: la mezcla garantiza una distribución uniforme de todo sólido que pudiera estar presente en la muestra, mejorando así la precisión y la capacidad de reproducción de la prueba.
2. Precaliente el bloque digestor a 150 °C.
3. Quite el tapón de un vial de COD.
4. Pipetee 2,00 ml (0,20 ml para COD HR+) de muestra en el vial. El contenido del vial se calentará.
5. Vuelva a poner el tapón al vial de COD, asegurándolo herméticamente.
6. De inmediato invierta el vial 10 veces, para mezclar bien.
   Precaución: cuando mezcle, sostenga el vial solamente por el tapón. El contenido del vial se calentará mucho.
7. Limpie el vial con una toalla húmeda y colóquelo en el bloque digestor precalentado.
8. Prepare el blanco de reactivo repitiendo los Pasos 3 a 7, usando agua desionizada en lugar de la muestra del Paso 4.
   NOTA: se debe ejecutar al menos un blanco de reactivo con cada juego de muestras y con cada nuevo número de lote de viales de COD. Utilice un vial de blanco del mismo lote que los viales de COD de prueba.
9. Deje que los viales se calienten en el bloque digestor a 150 °C durante 2 horas.
10. Gire el bloque digestor y deje que los viales permanezcan en la unidad durante 15 a 20 minutos, para enfriarse.
11. **Tenga cuidado**, los viales de vidrio aún están **muy** calientes. Retire cuidadosamente cada vial del bloque digestor, asegurándose de que el tapón esté bien asegurado. Invierta cada vial varias veces y luego colóquelos en un soporte para que se enfríen a temperatura ambiente. Deje que pasen al menos 30 minutos para que los viales se enfríen. Guarde los viales en la oscuridad mientras se enfrían.
    PRECAUCIÓN: los viales calientes podrían quebrarse si se dejan caer o se enfrían bruscamente.
12. Si correspondiera, siga los procedimientos específicos del instrumento para seleccionar la longitud de onda y ajustar a cero el espectrofotómetro.

Rango, mg/l	Longitud de onda	Ecuación de calibración
0 - 150	420	ppm (mg/l) = -337,1 (abs)
0 – 1500	620	ppm (mg/l) = 2301 (abs) -3
0 – 15.000	620	ppm (mg/l) = 23010 (abs) -3

13. Frote el exterior del vial de blanco de reactivo con un paño hasta que esté limpio y seco. Coloque el vial de blanco de reactivo en el compartimento de muestra del instrumento. Este blanco de reactivo se usa para ajustar a cero al instrumento.
14. Frote el exterior de un vial de COD de prueba con un paño hasta que esté limpio y seco. Coloque el vial en el compartimento de muestra del instrumento para obtener resultados de prueba.
15. Si correspondiera, use la ecuación de calibración específica del rango, en el Paso 12, para convertir los valores de absorbancia en resultados de prueba en mg/l de COD.

CHEMetrics
Water Analysis Systems

www.chemetrics.com
4295 Catlett Road, Midland, VA 22728 EE. UU.
Correo electrónico: orders@chemetrics.com
Oct. de 2014, rev. 29